

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-157894

(43)Date of publication of application : 18.06.1996

(51)Int.Cl.

C11D 11/00

C11D 1/28

C11D 17/06

(21)Application number : 06-329536

(71)Applicant : LION CORP

(22)Date of filing : 02.12.1994

(72)Inventor : ISHIKAWA TSUTOMU
INOTSUKA TAKASHI
HASHIMOTO SHINICHI
ABE SEIJI

(54) PRODUCTION OF POWDERED SURFACTANT AND PRODUCTION OF GRANULAR DETERGENT COMPOSITION USING THIS METHOD

(57)Abstract:

PURPOSE: To efficiently obtain a surfactant powder of high concentration with excellent fluidity at elevated temperature, by powdering the concentrate of the aqueous slurry of an anionic surfactant after cooling.

CONSTITUTION: At first, a slurry of an anionic surfactant (preferably a salt of α -sulfo fatty acid alkyl ester) of at least 50wt.% preferably more than 60wt.% concentration is concentrated in a concentrator to bulk material of less than 10%, preferably less than 7% water content. Then, the concentrated bulk is powdering after cooling to 20-70° C, preferably 20-60° C. In the concentration treatment, it is efficient that the slurry is heated to 100° C or higher under atmospheric pressure and flash evaporated in an evaporator under reduced pressure. It is more desirable to pelletize the cooled concentrated bulk in the presence of inorganic particle of less than 20 μ m average particle size using an extruder and then powdering.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

02.08.1996

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

2866955

[Date of registration]

25.12.1998

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-157894

(43) 公開日 平成8年(1996)6月18日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 1 1 D	11/00			
	1/28			
	17/06			

審査請求 未請求 請求項の数 5 F D (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平6-329536

(22) 出願日 平成6年(1994)12月2日

(71) 出願人 000006769

ライオン株式会社

東京都墨田区本所1丁目3番7号

(72) 発明者 石川 努

東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオン株式会社内

(72) 発明者 猪塚 隆

東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオン株式会社内

(72) 発明者 橋本 信一

東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオン株式会社内

(74) 代理人 弁理士 白村 文男

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 界面活性剤粉体の製造方法およびそれを用いた粒状洗剤組成物の製造方法

(57) 【要約】

【構成】 アニオン界面活性剤を50重量%以上含む水性スラリーを、濃縮装置を用いて水分含有量10%以下の濃縮塊状物した後に粉体化する際に、濃縮後に20～70℃に冷却する工程を経た後に、硫酸カリウム、炭酸カリウム、炭酸水素カリウム、硫酸ナトリウム、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、ゼオライト、微粒子シリカまたは珪酸カルシウムを加えてペレット化し、粉体化して界面活性剤粉体を製造する。

【効果】 高濃度に界面活性剤を含有したアニオン界面活性剤粉体を効率よく製造することができ、また、この粉体を用いて粒状洗剤組成物を効率よく製造することができる。特に、高温において流動性が劣化しやすい α -スルフォ脂肪酸アルキルエステル塩を含むアニオン界面活性剤粉体あるいは粒状洗剤組成物を容易に製造することができる。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 少なくとも一種のアニオン界面活性剤を 50 重量%以上含む水性スラリーを、濃縮装置を用いて水分含有量 10%以下の濃縮塊状物とした後に粉体化する際に、濃縮後に 20～70℃に冷却する工程を経た後に粉体化することを特徴とする界面活性剤粉体の製造方法。

【請求項 2】 冷却工程後の濃縮物に、粒状ゼオライト、微粒子シリカおよび粒状炭酸ナトリウムから選ばれる少なくとも一種の無機粒子をアニオン界面活性剤純分 100 重量部に対して 1～20 重量部添加し、粉砕して粉体化する請求項 1 に記載の界面活性剤粉体の製造方法。

【請求項 3】 冷却工程後の濃縮物をペレット化し、このペレットを粉砕して粉体化する際に、ペレット成形時に硫酸カリウム、炭酸カリウム、炭酸水素カリウム、硫酸ナトリウム、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、ゼオライト、微粒子シリカおよび珪酸カルシウムから選ばれる少なくとも一種の無機粒子を、アニオン界面活性剤純分 100 重量部に対して 1～30 重量部混合する請求項 1 に記載の界面活性剤粉体の製造方法。

【請求項 4】 アニオン界面活性剤が、 α -スルフォ脂肪酸アルキルエステル塩である請求項 1～3 のいずれか一項に記載の界面活性剤粉体の製造方法。

【請求項 5】 請求項 1～4 にいずれか一項で得られた界面活性剤粉体を、少なくとも一種のアニオン界面活性剤を含む噴霧乾燥工程を経て得られた粒状洗浄剤基材とともに、捏和後の粉砕造粒または攪拌造粒により造粒することを特徴とする粒状洗浄剤組成物の製造方法。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

【産業上の利用分野】 本発明は、高濃度にアニオン界面活性剤を含んだ界面活性剤粉体の製造方法、およびそれを用いた粒状洗浄剤組成物の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 アニオン界面活性剤は、一般に中和により水性スラリーとして得られるため、濃縮化あるいは粉体として取り扱うためには、何らかの方法で水分を除去することが必要である。そこで従来から種々の濃縮化ないしは粉体化方法が提案されており、例えば以下の報告例がある。

【0003】 (1) 特開昭 54-106428 号公報：噴霧乾燥法により高級アルキル硫酸塩の粒状化品を製造する方法であるが、噴霧乾燥法を利用するためにエネルギー負荷が大きい。

(2) 特開昭 55-69698 号公報：噴霧乾燥法によりアニオン界面活性剤とノニオン界面活性剤との混合粒状化品を製造する方法であるが、同様に噴霧乾燥法を利用するためにエネルギーロスが大きい。

【0004】 (3) 特開平 2-86700 号公報：界面

活性剤ペーストとビルダーを混合したドウを形成後に冷却粉砕して粒状化する方法である。20℃以下に冷却する余分な工程を必要とするため、工業的に不利である。

(4) 特開平 5-331496 号公報：薄膜蒸発機を用いて高嵩密度洗浄剤ペーストを製造する方法であるが、活性剤の粉体化には至っていない。

【0005】 (5) 特開平 5-33146 号公報：薄膜蒸発機を用いてアニオン界面活性剤の粒状化品を製造する方法であるが、活性剤単独で造粒するために 40℃以上の高温における流動性が悪い懸念がある。実際、実施例においてはアルキル硫酸エステル塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸エステル塩に限定されており、 α -スルフォ脂肪酸アルキルエステル塩は、濃縮直後の高温下での粉砕による粒状化は困難である。

【0006】 また一方、界面活性剤を原料の一部として用い、粒状洗浄剤を製造する方法も提案されており、例えば以下の方法が知られている。

(1) 特開平 4-345700 号公報： α -スルフォ脂肪酸アルキルエステル塩を中性ビルダーで粉体化し、他の洗浄成分粉体と粉体ブレンドすることにより粒状洗浄剤を製造しているが、粉体ブレンドであるため均一性に欠ける。

【0007】 (2) 特開平 6-128596 号公報、同 6-128597 号公報：アニオン界面活性剤粉体化品とゼオライトを含む粒子を捏和・粉砕することにより、あるいは攪拌造粒することにより粒状洗浄剤を製造する。活性剤粉体化品中でのビルダー量が 30%以上と多く、活性剤濃度が低いいため、洗浄化するためには大量の粉体化品が必要となる。また、界面活性剤の粉体化時に冷却をしないプロセスであり、本発明とは製造方法が基本的に異なる。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、多大なエネルギーを必要とする噴霧乾燥を用いずに、高温下での流動性に優れた、界面活性剤を高濃度に含有した粉体の効率的な製造法およびこの粉体を用いた高温流動性に優れた粒状洗浄剤組成物の製造方法を提供するものである。

【0009】 さらに、特に、高温下で付着性の強い α -スルフォ脂肪酸アルキルエステル塩を高濃度に含有した粉体の効率的な製造法およびこの粉体を用いた粒状洗浄剤組成物の製造方法を提供するものである。

【0010】

【課題を解決するための手段】 本発明の界面活性剤粉体の製造方法は、少なくとも一種のアニオン界面活性剤を 50 重量%以上含む水性スラリーを、濃縮装置を用いて水分含有量 10%以下の濃縮塊状物とした後に粉体化する際に、濃縮後に 20～70℃に冷却する工程を経た後に粉体化することを特徴とする。また、本発明の粒状洗浄剤組成物の製造方法は、上記の界面活性剤粉体を、少なくとも一種のアニオン界面活性剤を含む噴霧乾燥工程で得

られた粒状洗剤基材とともに、捏和後の粉碎造粒または攪拌造粒により造粒することを特徴とする。

【0011】

【発明の実施態様】本発明の出発原料である水性スラリー中のアニオン界面活性剤濃度は50重量%以上、好ましくは60重量%以上である。この濃度が50重量%未満の場合は、スラリー中の水分含有量が多いため、濃縮工程での水分蒸発機の負荷が大きすぎる可能性がある。本発明で用いられるアニオン界面活性剤としては、硫酸塩、スルホン酸塩、カルボン酸塩、リン酸塩等があり、硫酸塩としては以下のものが例示される。

【0012】(1) 平均炭素数10~18のアルキル基またはアルケニル基を有する高級アルコール硫酸エステル塩。

(2) 飽和または不飽和のアルコール残基の平均炭素数が10~18で1分子内に平均0.5~8モルのエチレンオキシドを付加した高級アルコールエトキシレート硫酸塩。

【0013】スルホン酸塩としては、以下のものが例示できる。

(1) 平均炭素数10~18のアルキル基またはアルケニル基を有する直鎖または分岐鎖アルキルベンゼンスルホン酸塩。

(2) 平均炭素数10~18の α -オレフィンスルホン酸塩。

(3) 飽和または不飽和の脂肪酸残基の平均炭素数が10~20、エステルのアルキル基の炭素数が1~5の α -スルフォ脂肪酸アルキルエステル塩。カルボン酸塩としては、石鹼等が挙げられる。

【0014】本発明では、このようなアニオン界面活性剤を合計量で50重量%以上含む水性スラリーを噴霧乾燥機以外の濃縮装置を用いて水分10重量%以下、好ましくは7重量%以下まで水分を蒸発、濃縮する。濃縮後の水分が10重量%を超えると、それを70℃以下に冷却しても、アニオン界面活性剤を高濃度に含む濃縮物は、塊状というよりむしろスラリー状であり、ハンドリングが困難となる。

【0015】濃縮のための装置および方法は、大気開放型の混合機（縦型ニーダー、リボンミキサー等）により、70~120℃の温度で1~10時間攪拌し濃縮する方法や、薄膜蒸発機（エバオレータ；桜製作所製、エグゼバ；神鋼パンテック社製等）を用いて真空蒸発により濃縮を行う方法などがあり、ドラム式濃縮機（CDドライヤー；西村鉄工所製等）、セルフクリーニング型濃縮機（SCプロセッサ；栗本鉄工所製等）、カスタムドライヤー（大川原製作所製）等を用いることも可能である。また、常圧で100℃以上にスラリーを加熱し、減圧にした蒸発缶でフラッシュ蒸発を行うこともできる。この方法によれば、濃縮後の温度を低下させることができ効率的であり、装置としてはSVC濃縮機（佐久

間製作所製）等がある。

【0016】濃縮により水分含有量が10重量%とされた濃縮物は一般に塊状物であるが、濃縮直後の温度は通常70℃を超える高温であり、アニオン界面活性剤の物性からこのような高温では付着性が強くなるため、即座に粉碎機等による粉碎を行なうことは不可能である。そこで本発明では、粉碎、ペレット化のような後処理に先立って冷却工程を施して、十分処理が可能な低付着性とする。この冷却温度は20~70℃であり、好ましくは20~60℃である。

【0017】濃縮後に必須な冷却のための装置および方法は、空冷却やベルト式真空冷却機（ベルマックス；大川原製作所製、スチールベルト式冷却装置；サンドビック社製等）を用いて行うことができる。特に、冷却した後に直接フレーク化する装置としては、ドラム式冷却機（ドラムフレーカー；楠木機械製作所製、ダブルドラムドライヤー；カンソー社製等）があり、より効率的である。このように、目的とするアニオン界面活性剤含有粉体を冷却と同時にフレーク状の状態を得ることもできる。

【0018】冷却されたアニオン界面活性剤濃縮物は、直接粉碎して、またはペレッターでペレット化して粉碎して、あるいはフレークを粉碎して、アニオン界面活性剤粉体とすることできる。

【0019】粉碎に際しては、粉碎助剤を用いることも可能であり、助剤の種類としては平均粒径20 μ m以下の無機粒子が好ましく、粒状ゼオライト、粒状炭酸ナトリウム、ホワイカーボン等の微粒子シリカなどが用いられ、助剤量としては濃縮品100重量部に対して1~20重量部が好ましく、2~10重量部がより好ましい。粉碎助剤を用いることにより、効率的に粉碎処理を行なえる。

【0020】フレーク化または粉碎後に、物性改良のために平均粒径20 μ m以下の無機粒子を混合し、コーティングすることも可能であり、ゼオライト、炭酸ナトリウム、ホワイカーボン等が用いられ、コーティング量としては濃縮品100重量部に対して1~20重量部が好ましく、1~5重量部がより好ましい。用いられる粉碎機の種類としては、フィッツミル（ホソカワミクロン社製）、スピードミル（岡田精工社製）等が用いられる。

【0021】前述のように、アニオン界面活性剤濃縮物は、冷却後に、直接粉碎、フレーク化後粉碎またはペレット化後粉碎して粉体化することが好ましいが、より好ましくは冷却後に粉碎可能な大きさとするために、押出し機などによりペレット化し、粉碎を行なう方法がある。さらに本発明者らは、ペレット成形時に無機粒子を添加することにより、得られるアニオン界面活性剤粉体の40℃以上の高温における流動性の劣化を改善できることを見出した。

【0022】このペレット成形時に添加する無機粒子としては、硫酸カリウム、炭酸カリウム、炭酸水素カリウム、硫酸ナトリウム、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、ゼオライト、微粒子シリカ、珪酸カルシウムなどが好適である。この無機粒子の添加量は、アニオン界面活性剤純分100重量部に対して1~30重量部が好適であり、好ましくは5~20重量部である。この添加量が1重量部未満では効果が発現せず、一方、30重量部を超えると、粉体化品中の活性剤濃度が低下するため好ましくない。

【0023】用いられるペレッターの種類としては、ペレッターダブル（不二パウダル社製）等がある。粉碎により得られるアニオン界面活性剤粉体の平均粒径は200~1500 μm とすることが好適であり、好ましくは400~1000 μm である。得られたアニオン界面活性剤粉体は、高濃度に活性剤を含み、しかも流動性、特に高温での流動性に優れている。よって、高温下での流動性が劣化しやすい α -スルフォ脂肪酸アルキルエステル塩の粉体化に好適である。

【0024】本発明で得られたアニオン界面活性剤粉体は、そのまま一般の活性剤原料として使用でき、また、粒状洗剤組成物の活性剤原料としても使用できる。この場合は、少なくとも一種のアニオン界面活性剤を含む噴霧乾燥粒子と造粒することが望ましい。噴霧乾燥粒子は、アニオン界面活性剤に加え、ノニオン界面活性剤等の他の界面活性剤、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、重炭酸ナトリウム、珪酸ナトリウム等のアルカリビルダー、ゼオライト、硫酸ナトリウム等の無機ビルダー、エチレンジアミン四酢酸ナトリウム等の有機ビルダー、カルボキシメチルセルロース、ポリエチレングリコール等の再汚染防止剤、酵素、蛍光剤、香料、色素等を含有することができる。

【0025】本発明で得られたアニオン界面活性剤粉体と、少なくとも一種のアニオン界面活性剤を含む噴霧乾燥法により得られた粒状洗剤基材とは、捏和後の粉碎造粒（圧密造粒）または攪拌造粒により、混合・造粒されて粒径200~1000 μm 、嵩密度0.4~0.9 g/cc の粒状洗剤組成物とすることができる。

【0026】捏和装置としては、連続式ニーダー（KRCニーダー；栗本鉄工所社製）、バッチ式ニーダー（縦型ニーダー；DALTON社製）等が挙げられ、粉碎機としてはフィッツミル（ホソカワミクロン社製）、スピードミル（岡田精工社製）等が挙げられ、粉碎の際にゼオライト、炭酸ナトリウム、ホワイトカーボン等の微細な無機粒子を洗剤粒子100重量部に対して1~20重量部添加することにより粉碎機付着を防ぐことができる。攪拌造粒機としては、レーディゲミキサー（マツボ一社製）、シュギミキサー（パウレック社製）、ハイスピードミキサー（深江工業社製）等が挙げられる。

【0027】造粒後の粒状洗剤組成物に対して、流動性

改良剤として粒径10 μm 以下の微粉体ゼオライト等の無機化合物を添加することも可能である。さらに、洗浄性向上剤であるキレートビルダー、酵素等を粉体ブレンドすることも可能である。ここで用いるキレートビルダーとしては、粉体ゼオライト、層状シリケート、マレイン酸-アクリル酸ナトリウムの共重合体、 β -アラニンジ酢酸ナトリウム等が挙げられる。また、発塵抑制のために非イオン界面活性剤またはその水溶液等の噴霧や賦香のための香料の噴霧等の処理を行うことも可能である。

【0028】

【発明の効果】本発明によれば、高濃度に界面活性剤を含有したアニオン界面活性剤粉体を効率よく製造することができ、また、この粉体を用いて粒状洗剤組成物を効率よく製造することができる。特に、高温（45℃以上）において流動性が劣化しやすい α -スルフォ脂肪酸アルキルエステル塩を含むアニオン界面活性剤粉体あるいは粒状洗剤組成物を容易に製造することができる。

【0029】

【実施例】以下に実施例により本発明より詳細に説明するが、それに先立って実施例に採用した評価方法を説明する。

【0030】（1）粉体の固化性試験法

45℃の雰囲気中で、内径50mm、高さ50mmの円筒状のセルに約60gの試料を入れ、2kgの荷重で3分間静置して成形した後、取り出して上部から荷重を加え、破壊する荷重を測定する。

○…0~2kg

△…2~4kg

×…4kg以上

【0031】（2）粉体の安息角測定法

45℃の雰囲気中で、約20cmの高さからロートを通して試料粉体を落とし、円錐状堆積層を形成させ、底円の直径と高さから算出する。

安息角 θ ： $\tan \theta = \text{高さ} / \text{底円の半径}$

【0032】実施例1~3（アニオン界面活性剤粉体の製造）

表1に示す α -SFスラリーを縦型攪拌混合機（ダルトン社製）を用いてジャケット温度90℃の条件で水分を蒸発させ、濃縮品を作製した。ここで、 α -SFとしては、脂肪酸残基の炭素数が14~16の α -スルフォ脂肪酸メチルエステルナトリウム塩を用いた。

【0033】その後、室温で放置し表1に示す温度まで冷却し、得られた塊状物質をペレッターダブル（不二パウダル社製、EXDFJS-60）を用いて直径約10mm、長さ約15mmのペレットとし、 α -SF純分100重量部に対して表1に示した純分量のゼオライトと共にフィッツミル（ホソカワミクロン社製、DKA-3）に供給し、穴径2mmのスクリーンを取付け15℃の冷風を通して粉碎した後、 α -SF純分100重量部

に対して純分として2重量部のゼオライトを回転ドラム内で混合し、粉体化品を得た。粉体化品(アニオン界面活性剤粉体)の性状および組成を表1に示す。

【0034】比較例 1. 2

比較例 1 では、表 1 に示す組成に従って実施例と同様の操作により冷却工程を経てペレットを作用し、 α -SF 純分 100 重量部に対して純分として 20 重量部のゼオライトと共のフィツミル（ホソカワミクロン社製、DKA-3）を用いて粉碎を試みたが、粉碎は不可であり粉体化品は得られなかった。

【００３５】比較例２では、表１に示す組成に従って、実施例と同様の操作により、濃縮品を得た。ここで、冷却工程を経ずに、得られた塊状物質を実施例と同様の操作によりペレットを作成し α -SF純分１００重量部に対して純分として２０重量部のゼオライトと共のフィッミル（ホソカワミクロン社製、DKA-３）を用いて粉碎を試みたが、粉碎は不可であり粉体化品は得られなかった。

【0036】

【表 1】

表 1: 界面活性剂粉体

No.	実 施 例			比 較 例	
	1	2	3	1	2
α -SFスラリー					
純分濃度 (%)	50	60	70	50	60
水分 (%)	45	34	23	45	34
濃縮品					
水分 (%)	9	1	3	15	4
温度 (°C)	90	90	90	90	90
冷却後					
温度 (°C)	30	70	50	60	90
状態	塊状	塊状	塊状	ペースト状	ペースト状
粉砕助剤ゼオライト (%)	13	3	5	20	20
粉砕機付着	○	○	○	×	×
				粉砕不可	粉砕不可
粉体性状					
BD (g/cc)	0.6	0.7	0.6	—	—
平均粒径 (μ)	400~	400~	400~	—	—
	500	500	500		
安息角 (°)	40~50	40~50	40~50	—	—
粉体組成					
活性剤濃度 (%)	71	85	81	—	—
水分 (%)	9.2	1.4	3.6	—	—

【0037】 实施例 4 ~ 13

表2及び表3に示す組成の界面活性剤スラリーを縦型攪拌混合機（ダルトン社製）を用いてジャケット温度90℃の条件で蒸発させ、濃縮品を作製した。その後、室温で放置し、表2及び表3に示す温度まで冷却した後、同表に示した無機粒子（ペレット成形時添加物）を混合し、得られた塊状物をペレッタダブル（不二パウダル社製、EXDFJS-60）を用いた直径約10mm、長さ約15mmのペレットとし、活性剤純分100重量部に対して純分として表2および表3に示した量のゼオライトと共にフィッツミル（ホソカワミノン社製、DKA-3）に供給し、孔径2mmのスクリーンを取り付

け15℃の冷風を通して粉碎した後、活性剤純分100重量部に対して2重量部のゼオライトを回転ドラム内で混合し、粉体化品を得た。粉体化品の性状および組成を表2及び表3に示す。

【0038】比較例3、4

表3に示す組成に従って、実施例と同様の操作により、粉体化品を得た。得られた粉体化品の性状および組成を表3に示す。両者とも45℃の流動性と固化性が悪かった。

【0039】

【表 2】

表 2: 界面活性剂粉体

[illegible]

純分濃度 (%)	50	50	60	60	60	60
水分 (%)	45	45	34	34	34	34
濃縮品						
水分 (%)	5	3	3	3	5	5
温度 (°C)	90	90	90	90	90	90
冷却後温度 (°C)	40	25	50	50	50	50
冷却後状態	塊状	塊状	塊状	塊状	塊状	塊状
ペレット成形時添加物	ゼオライト	K ₂ SO ₄	Na ₂ SO ₄	K ₂ CO ₃	Na ₂ CO ₃	
[対活性剤純分量 (%)]	[20]	[10]	[20]	[20]	[5]	[10]
粉碎助剤ゼオライト量 (%)	5	5	5	5	5	5
粉体性状						
BD (g/cc)	0.7	0.6	0.6	0.6	0.6	0.6
平均粒径 (μ)	400~	400~	400~	400~	400~	400~
	500	500	500	500	500	500
安息角 (°)	45	50	50	50	50	45
固化性	○	○	○	○	○	○
粉体組成						
活性剤濃度 (%)	65.9	73.6	75.4	75.4	76.7	73.9
水分 (%)	6.3	4.1	3.3	3.3	5.4	5.2

α-SF : 脂肪酸残基の炭素数が 14 ~ 16 の α-スルフォ脂肪酸メチルエステルナトリウム塩

【表 3】

【0040】

表 3 : 界面活性剤粉体

No.	実 施 例				比 較 例	
	10	11	12	13	3	4
スラリー						
アニオン活性剤 (%)	α-SF	α-SF	AOS-K	AS-Na	α-SF	AOS-K
純分濃度 (%)	70	70	70	60	60	70
水分 (%)	23	23	27	35	34	27
濃縮品						
水分 (%)	5	7	3	3	3	3
温度 (°C)	90	90	90	90	90	90
冷却後温度 (°C)	50	40	50	50	50	50
冷却後状態	塊状	塊状	塊状	塊状	塊状	塊状
ペレット成形時添加物	珪酸Ca	SiO ₂	ゼオライト		—	—
[対活性剤純分量 (%)]	[5]	[5]	[10]	[10]	—	—
粉碎助剤ゼオライト量 (%)	10	10	10	10	10	10
粉体性状						
BD (g/cc)	0.5	0.5	0.6	0.6	0.6	0.6
平均粒径 (μ)	400~	400~	400~	400~	400~	400~
	500	500	500	500	500	500
安息角 (°)	50	50	45	50	65	60
固化性	○	○	○	○	×	×
粉体組成						
活性剤濃度 (%)	73.0	71.8	73.2	71.0	77.3	81.0
水分 (%)	5.6	7.1	4.5	4.5	3.9	3.9

α-SF : 脂肪酸残基の炭素数が 14 ~ 16 の α-スルフォ脂肪酸メチルエステルナトリウム塩

AOS-K : 炭素数 14 ~ 16 の α-オレフィンスルホン酸カリウム

AS-Na：炭素数 12～16 のアルキル硫酸ナトリウム

【0041】実施例 14（粒状洗剤組成物の製造）

表 4 に示す組成に従って、噴霧乾燥により乾燥粒子を得た。この乾燥粒子と実施例 1 で得られた界面活性剤粉体、および非イオン界面活性剤を表 4 に示す割合で KRC ニーダー（栗本鉄工所製、S-2）中で圧密混合し、得られた塊状物をペレッタダブル（不二パウダル社製、EXDFJS-60）を用いた直径約 10mm、長さ約 15mm のペレットとし、粒状洗剤組成物 100 重量部に対して 6 重量部の純分量の炭酸ナトリウムと共にフィッツミル（ホソカワミクロン社製、DKA-3）に供給し、穴径 2mm のスクリーンを取付け 15℃ の冷風を通して粉碎した後、粒状洗剤組成物 100 重量部に対して純分として 2 重量部のゼオライトおよび酵素（プロテアーゼ）1 重量部を回転ドラム内で混合し、香料 0.2 重量部と発塵防止バインダーである非イオン界面活性剤（炭素数 12 のアルコールにエチレンオキシドが 20 モル付加したアルコールエトキシレート）0.6 重量部を噴霧し、粒状洗剤組成物を得た。この粒状洗剤組成物の性状を表 4 に示す。

【0042】実施例 15（粒状洗剤組成物の製造）

表 4 に示す組成に従って、噴霧乾燥により乾燥粒子を得た。この乾燥粒子と実施例 1 で得られた界面活性剤粉体、および非イオン界面活性剤を表 4 に示す割合でレーディゲーミキサー（マツボー社製、M-20）中で攪拌造粒し、実施例 14 と同様の後処理により、粒状洗剤組成物を得た。この粒状洗剤組成物の性状を表 4 に示す。

【0043】以上、実施例及び比較例から明らかなように、本発明の製法によれば、 α -スルフォ脂肪酸アネキルエステル塩を高濃度に含有した粉体の効率的な生産が可能となり、その粉体を用いた粒状洗剤の製造が可能となる。

【0044】実施例 16

表 4 に示す組成に従って、噴霧乾燥により乾燥粒子を得た。この乾燥粒子と実施例 1 で得られた界面活性剤粉体、および非イオン界面活性剤を表 4 に示す割合で KRC

C ニーダー（栗本鉄工所製、S-2）中で圧密混合し、得られた塊状物をペレッタダブル（不二パウダル社製、EXDFJS-60）を用いて直径約 10mm、長さ約 15mm のペレットとし、粒状洗剤組成物 100 重量部に対して 6 重量部の純分量の炭酸ナトリウム共にフィッツミル（ホソカワミクロン社製、DKA-3）に供給し、穴径 2mm、スクリーンを取付け 15℃ の冷風を通して粉碎した後、粒状洗剤組成物 100 重量部に対して純分として 2 重量部のゼオライトおよび酵素（プロテアーゼ）1 重量部を回転ドラム内で混合し、香料 0.2 重量部と発塵防止バインダーである非イオン界面活性剤（炭素数 12 のアルコールにエチレンオキシドが 20 モル付加したアルコールエトキシレート）0.6 重量部を噴霧し、粒状洗剤組成物を得た。この粒状洗剤組成物の性状を表 4 に示す。

【0045】実施例 17（粒状洗剤組成物の製造）

表 4 に示す組成に従って、噴霧乾燥により乾燥粒子を得た。この乾燥粒子と実施例 4 で得られた界面活性剤粉体、および非イオン界面活性剤を表 4 に示す割合でレーディゲーミキサー（マツボー社製、M-20）中で攪拌造粒し、実施例 16 と同様の後処理により、粒状洗剤組成物を得た。この粒状洗剤組成物の性状を表 4 に示す。

【0046】比較例 5

実施例 17 と同様の操作で、乾燥粒子と比較例 3 で得られた界面活性剤粒子を用いて攪拌造粒により、粒状洗剤組成物を得た。この粒状洗剤組成物の性状を表 4 に示す。

【0047】以上、実施例及び比較例から明らかなように、本発明の製法によれば、陰イオン性界面活性剤を高濃度に含有し、物性の改良された粉体の効率的な生産が可能となり、その粉体を用いてより物性の良好な粒状洗剤の製造が可能となる。

【0048】

【表 4】

表 4：粒状洗剤組成物

No.	実 施 例				比較例
	14	15	16	17	5
乾燥粒子組成 (%)					
LAS-K*1	10	10	10	10	10
石鹼	4	4	4	4	4
ゼオライト	14	14	14	14	14
炭酸カリウム	8	8	8	8	8
亜硫酸ナトリウム	2	2	2	2	2
チノパールCBS*2	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
炭酸ナトリウム	13	19	11	17	21
乾燥条件					
スラリー水分 (%)	40	40	40	40	40
熱風温度 (°C)	300	300	300	300	300

乾燥粒子性状	0.35	0.35	0.35	0.35	0.35
B. D. (g/cc)					
水分(%)	6	6	6	6	6
造粒方法	圧密造粒	攪拌造粒	圧密造粒	攪拌造粒	攪拌造粒
配合割合(%)					
乾燥粒子	57.8	63.8	55.6	61.6	66.1
実施例1の粒子	28.2	28.2	30.4	30.4	25.9
非イオン活性剤*3	3	3	3	3	3
洗浄剤組成物性状					
BD (g/cc)	0.80	0.75	0.80	0.80	0.80
平均粒径(μ)	450	500	550	500	500
安息角($^{\circ}$)	40~45	40~45	45	45	60

* 1) アルキル基の炭素数が 10 ~ 14 の直鎖アルキルベンゼンスルホン酸カリウム

* 2) チバ・ガイギー社製の蛍光増白剤

* 3) 非イオン活性剤：アルコールエトキシレート (C13アルコールのエチレンオキシド 20 モル付加物) (純分 84%)

フロントページの続き

(72) 発明者 阿部 誠治

東京都墨田区本所 1 丁目 3 番 7 号 ライオン株式会社内